

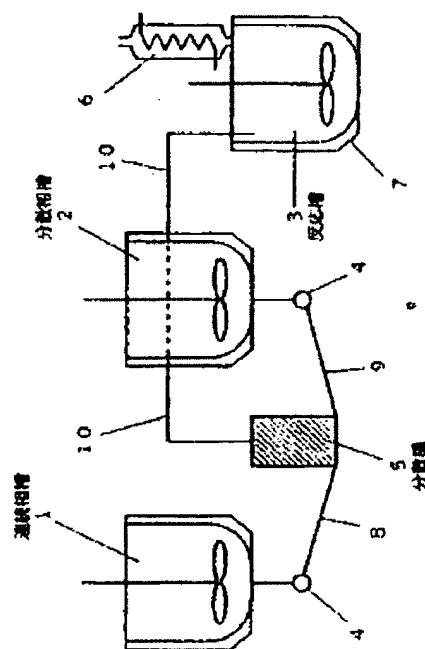
SUSPENSION POLYMERIZATION PROCESS

Patent number: JP3131603
Publication date: 1991-06-05
Inventor: KAMIYAMA MASAFUMI; TSUCHIDA MINORU; YANO HARUHIKO
Applicant: TOMOEGAWA PAPER CO LTD
Classification:
- international: C08F2/00; C08F2/18
- european: C08F2/18
Application number: JP19890268133 19891017
Priority number(s): JP19890268133 19891017

Report a data error here

Abstract of JP3131603

PURPOSE: To obtain a polymer having fine particle size and narrow particle size distribution by charging a monomer compound and an aqueous medium to separate tanks, transferring the components through a double pipe, forming dispersion liquid containing droplets having desired size with a dispersion machine for applying shearing force and polymerizing the dispersion in a polymerizer. **CONSTITUTION:** A dispersed phase component composed of a monomer composition is charged in a dispersed phase tank 2 and a continuous phase component composed of an aqueous medium is charged in a continuous phase tank 1 in separated state. The dispersed phase component and the continuous phase component are transferred from each tank to a double pipe 16 and continuously and simultaneously supplied to a part near a rotor of a dispersion machine 5 to apply a shearing force to the liquid. A dispersed liquid containing droplets having desired size is formed by the applied shearing force. The dispersed liquid is introduced into a polymerizer 3 and the polymerization is completed to obtain the objective polymer.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-131603

⑬ Int.Cl.⁵

C 08 F 2/18
2/00

識別記号

MBD
MDB

庁内整理番号

7107-4J
7107-4J

⑭ 公開 平成3年(1991)6月5日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全9頁)

⑮ 発明の名称 懸濁重合法

⑯ 特 願 平1-268133

⑰ 出 願 平1(1989)10月17日

⑱ 発 明 者 上 山 雅 文 静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社巴川製紙所技術
研究所内
⑲ 発 明 者 土 田 実 静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社巴川製紙所技術
研究所内
⑳ 発 明 者 矢 野 晴 彦 静岡県静岡市用宗巴町3番1号 株式会社巴川製紙所技術
研究所内
㉑ 出 願 人 株式会社巴川製紙所 東京都中央区京橋1丁目5番15号
㉒ 代 理 人 弁理士 渡 部 剛

明細書

1. 発明の名称

懸濁重合法

2. 特許請求の範囲

(1) 単量体組成物を懸濁重合して重合体又は重合体組成物を製造するに際して、単量体組成物よりなる分散相成分と、水性媒質よりなる連続相成分とをそれぞれ独立した槽に保持し、それらの槽より、分散相成分及び連続相成分を、それぞれ独立した経路から二重管に導き、該二重管より分散機の剪断力を付与する回転子近傍に同時に連続して供給し、剪断力を付与することによって所望の大きさの液滴を持つ分散液を形成し、その後該分散液を重合槽中に導入して重合を完結させ、重合体又は重合体組成物を得ることを特徴とする懸濁重合法。

(2) 上記二重管において、内管が分散相成分供給管であって、その内径が、分散機の回転子の直径

の0.1～0.5倍の範囲であり、外管が連続相成分供給管であって、その内径が分散機の回転子の直径の0.5～1.0倍の範囲であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の懸濁重合法。

(3) 上記二重管において、内管が連続相成分供給管であって、その内径が、分散機の回転子の直径の0.1～0.5倍の範囲であり、外管が分散相成分供給管であって、その内径が分散機の回転子の直径の0.5～1.0倍の範囲であることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の懸濁重合法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、生成物粒子の粒径分布を容易に制御することができる新規な懸濁重合法に関し、特に、従来の懸濁重合法では得ることが困難であった5～50μmの粒子径を持つ粒子の製造に適する懸濁重合法に関する。

(従来の技術)

近年、粒子自身の機能を利用する粒子工業の重要性が高まりつつあり、例えば間隙保持剤、滑り性付与剤、機能性担体、表面活性を有する単分散粒子、標準粒子、トナー、塗料の流動性やつや特性を制御する機能性充填剤等の分野で応用されている。これ等の粒子を重合法で得る為には、種々の方法が知られており、最も一般的に採用されているのが乳化重合法である。また、特殊な用途に使用する場合には、ソープフリー重合、分散重合、シード重合、膨潤重合等も利用されている。しかしながら、これ等の重合法には幾つかの欠点がある。例えば、乳化重合法によれば、狭い粒径分布を有する粒子を得ることができる利点があるが、乳化剤などの無視できない不純物の除去が非常に困難であり、そして得られる粒子の粒子径には制限がある。分散重合、シード重合、膨潤重合等によれば、大きな粒径の粒子を得ることができるが、その方法は煩雑で長時間を要し、またコスト的にも大変な不利を生じるため、大量生産に向きであり、結局特殊な用途にしか応用ができないとい

う問題がある。

一方、懸濁重合法については、上記の重合法における問題点を比較的有しておらず、得られる製品が粒子状であるという特徴を有しているため、例えば、電子写真法などに用いられるトナーの製造に應用することが提案されている。

ところが、懸濁重合法は、一般に粒径と粒径分布の制御が難しいという問題点を有している。すなわち懸濁重合では、攪拌分散された液滴が様々な径を有し、更に、分散時に液滴は分裂と合一を繰り返すため、得られる粒子の粒径分布が極めて広いものとなり、特に粒径分布の狭い単分散粒子状のものを得ることは困難である。

上記した種々の応用分野に使用される製品において、粒度分布の不均一性は、重合体の機械的強度、耐薬品性、色相、透明性及び成形性等の性能と重要な関係があり、粒径と粒度分布の制御は重要な問題である。

したがって、所望の粒径を有する均質な重合体粒子を容易に得ることができる懸濁重合技術の確

立が、この分野における重要な課題となっていた。
(発明が解決しようとする課題)

懸濁重合において粒子が得られるのは以下の理由による。本来静置状態では分離すべき分散相と連続相とが、攪拌などのエネルギーによって分散相が分裂し、いわゆる液滴状態となり、連続相中に存在する。この液滴は、このままの状態では一般に、分裂や合一を繰り返す不安定なものであるが、液滴が熱等のエネルギーが供給されることにより重合し、もはや分裂ないし合一し得ない剛直な粒子となる。したがって、懸濁重合法により粒子の大きさを制御するには、この液滴の大きさと、分裂及び合一に対して何等かの制御を加えればよい。しかしながら、この液滴の大きさに関連する要素を考えると、分散機(攪拌機)の特性、構造、形状、大きさ、或いは反応容器の大きさ、形状、反応液のチャージ量、或いはまた反応液の相比、粘度、分散剤の種類と量等があり、実質上一元的に制御できるものではない。したがって、現実にはこれ等多々ある要素のうちの幾つかを固

定し、求める粒子をある条件を決定して行かざるを得ないのが現状である。しかしながら、この方法では、余りにも試行錯誤的であり、スケールアップ等の条件変更に対して対応が困難である。この点は、製造上の重大な障害になっており、特に製品を粉体のまま利用しようとする目的においては、いわゆる製造上のフレキシビリティに欠ける。

本発明者等は、上記の問題について鋭意検討を重ねた結果、先に、これ等の問題を容易に解決できる新規な懸濁重合法を提案した。すなわち、分散相成分と連続相成分を、それぞれ独立した経路を通して、分散機に同時かつ連続的に供給し、得られた分散液を重合槽に導入して重合させる方法を提案した。本発明者等は、この方法についてさらに検討した結果、生成する重合体粒子の粒度分布は、分散機に供給する際の連続相成分と分散相成分の供給速度及びその速度比が重要な要因になって変化すること、そして、粒度分布の制御には両相成分の供給速度や速度比と共に、供給の仕方

も重要なファクターであることを見出した。すなわち、単に配管を通じて両相成分を分散機内に供給しても、両者の混合時に予備的な分散現象が起こり、その際かなり広い粒度分布を持つ液滴相が生じ、そしてこの現象は、供給速度が比較的大きい場合や、両相成分の速度比が大きい場合において特に顕著に現れることを確認した。この現象は、分散相に常に一定の剪断力を与えるという目的を著しく阻害することになり、狭い粒度分布の重合体粒子を製造する上で望ましくない現象である。

本発明は、上記のような実状に鑑みてなされたものである。

したがって、本発明の目的は、生成する重合体粒子の粒径及び粒度分布を容易に制御することが可能な懸濁重合法を提供することにある。

したがって、本発明の他の目的は、上記のような予備的な分散現象が発生することのない懸濁重合法を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

凝縮機8及び加熱ジャケット7を備えた反応槽であり、流路10によって分散機5と連結されている。4は定置ポンプである。

また第2図中11はロータ回転軸であって、その先端に、剪断力を付与するための回転子として、ロータ12を備えており、軸受け13によって分散機本体14内に軸支されている。分散機本体14内部は、攪拌シール15によって液密になっている。ロータ12の近傍には、二重管16が開口している。二重管16は内管17と外管18とよりなり、開口径調整用フランジ19によって分散機本体14に取り付けられている。なお、20は分散液吐出口、21は内管流入入口、22は外管流入入口である。

これ等図面に示される装置を用いて、本発明を実施する場合、水性媒質よりなる連続相成分を連続相槽1に保持し、単量体組成物よりなる分散相成分を分散相槽2に保持する。それ等各成分は、それぞれ独立した流路8及び9に設けられた定置ポンプ4、4を駆動することによって、剪断力を付与するロータを備えた分散機5に同時にかつ連

本発明の懸濁重合法は、単量体組成物を懸濁重合して重合体又は重合体組成物を製造するに際して、単量体組成物よりなる分散相成分と、水性媒質よりなる連続相成分とをそれぞれ独立した槽に保持し、それらの槽より、分散相成分及び連続相成分を、それぞれ独立した経路から二重管に導き、該二重管より分散機の剪断力を付与する回転子近傍に同時に連続して供給し、剪断力を付与することによって所望の大きさの液滴を持つ分散液を形成し、その後該分散液を重合槽中に導入して重合を完結させ、重合体又は重合体組成物を得ることを特徴とする。

以下、本発明について図面を参照して詳細に説明する。

第1図は、本発明を実施するために使用する装置の一例の概略構成図であり、また、第2図は、第1図の装置における分散機の断面図である。

第1図中、1は連続相槽、2は分散相槽であり、それぞれ流路8及び9によって剪断力を付与する回転子を備えた分散機5に連結されている。3は、

統的に供給される。その場合、分散相成分及び連続相成分は、それぞれ内管流入入口21或いは外管流入入口22から二重管に導入され、ロータ15の近傍に放出される。放出された各成分は、回転するロータによって剪断力が付与され分散して、分散相と連続相とよりなる分散液を形成する。形成された分散液は、分散液吐出口20から吐出され、流路10を経て反応槽8に送られ、通常の手法によって懸濁重合が実施される。

本発明においては、上記したように、分散相成分及び連続相成分を、適当な内径を有する外管と、その内部に内管を配置した二重管によって分散機に供給するが、内管及び外管のいずれに連続相成分及び分散相成分を供給するように構成してもよい。そして、内管の開口部は、剪断力を与える回転子に接近して設置するのが好ましい。

本発明において、内管と外管の内径とその内径比は、両相成分の供給速度及びその速度比によって決定される。一般に、供給速度の小さい方の相成分を内管を通じて供給するのが好ましい。両相

成分の供給速度比が大きい場合は、二重管の外管と内管の内径比を大きくし、また両相成分の供給速度の和が大きい場合は、二重管自身の内径を大きくすればよい。

本発明において、両相成分の供給速度は、ローターの回転数、大きさ、能力で決定されるので適宜選択して決定される。又、両相成分の供給速度比は、通常0.1～10.0の範囲であるのが好ましい。

また、内管の内径は、分散機の回転子の直径の0.1～0.5倍の範囲であり、外管の内径が分散機の回転子の直径の0.5～1.0倍の範囲であることが好ましい。

上記の場合、一回の剪断領域の通過では、求めた粒径の大きさが得られない場合は、更に他の分散機を設け、一段目の分散機を通過した分散液を、第2段目の分散機に通過させればよい。得られた分散液はもはや界面エネルギーが充分大きくなっているため、通常の攪拌条件下でも合一は殆ど生じない。

本発明において、連続相は水性媒質よりなる連

続相成分によって形成される。連続相には懸濁安定剤を含有させるのが好ましい。

一般に懸濁重合で用いられる懸濁安定剤は、その分子中に親水性基と疎水性基とを有する界面活性物質があげられる。これ等界面活性物質は、親水性基として、水酸基、カルボキシル基及びその塩、スルホン基及びその塩等の極性基を有し、疎水性基として、脂肪族及び芳香族等の無極性基で構成されており、分散工程により形成された単量体組成物粒子の合一を防ぎ、安定化する能力を有する化合物である。

このような懸濁安定剤は、例えば、ポリビニルアルコール、カゼイン、ゼラチン、メチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、エチルセルロース等のセルロース誘導体、澱粉及びその誘導体、ポリ(メタ)アクリル酸及びそれ等の塩等があげられ、これ等の懸濁重合体は、重合中は、液滴表面を被覆し、液滴の合一、集塊を防止する働きをしている。

また、連続相には、乳化防止の目的で、塩化ナ

トリウム、硫酸ナトリウム等の中性塩を加えてもよい。また、更に、分散工程により形成された単量体組成物粒子の合一を防ぐ目的で、グリセリン、エチレングリコール等の増粘剤を加えてもよい。

一方、分散相は、単量体組成物よりなる分散相成分によって形成される。

単量体組成物の主成分として使用される重合性単量体としては、懸濁重合に使用可能なものであれば特に限定されるものではないが、例えば、以下に記載のものをあげることができる。

例えば、スチレン、*o*-メチルスチレン、*m*-メチルスチレン、*p*-メチルスチレン、*p*-メトキシスチレン、*p*-フェニルスチレン、*p*-クロルスチレン、3,4-ジクロルスチレン、*p*-エチルスチレン、2,4-ジメチルスチレン、*p*-*n*-ブチルスチレン、*p*-*tert*-ブチルスチレン、*p*-*n*-ヘキシルスチレン、*p*-*n*-オクチルスチレン、*p*-*n*-ノニルスチレン、*p*-*n*-デシルスチレン等のスチレン及びその誘導体；エチレン、プロピレン、ブチレン、イソブチレン等のエチレン性不飽和モノオレフィン類；塩化ビニル、

塩化ビニリデン、臭化ビニル、フッ化ビニル等のハロゲン化ビニル類；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、安息香酸ビニル等の有機酸ビニルエステル類；メタクリル酸、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸*n*-ブチル、メタクリル酸*n*-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアシル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチル等のメタクリル酸及びその誘導体；アクリル酸、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸*n*-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸*n*-オクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ステアシル、アクリル酸2-クロルエチル、アクリル酸フェニル等のアクリル酸及びその誘導体；ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルイソプロ

ベニルケトン等のビニルケトン類；N-ビニルピロール、N-ビニルカルバゾール、N-ビニルインドール、N-ビニルピロリドン等のN-ビニル化合物；ビニルナフタリン類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミド等の重合性単量体があげられる。

これ等のモノマーは、単独で、或いは必要に応じて二種以上を種々の組成に組み合わせて用いられる。

上記重合性単量体には、必要に応じて顔料その他の成分を添加することが可能である。例えば、カーボンブラック等の顔料を添加すれば、電子写真用トナーの製造に応用することができる。

本発明においては、重合開始剤が使用されるが、重合開始剤は重合性単量体に可溶であるのが好ましい。その様な重合開始剤としては、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス-(2,4-ジメチルバレロニトリル)、2,2'-アゾビス-4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル、その他のアゾ系又はジアゾ系重合開始剤；ベンゾイルパ

ーオキシライド、メチルエチルケトンパーオキシライド、イソプロピルパーオキシカーボネート、その他の過酸化物系重合開始剤等があげられる。

本発明においては、分子量及び分子量分布を制御する目的で、又は反応時間を制御する目的で、上記のような重合開始剤の二種以上を種々の組成に組み合わせて用いることが好ましい。また、更に必要に応じて過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム等の水溶性開始剤を併用してもよい。

重合開始剤の使用量は、重合性単量体100部に対して、通常0.1～20部、好ましくは1～5部である。

上記の分散相成分及び連続相成分を、上記のように二重管よりそれぞれ分散機に導入し、所定の粒径及び粒度分布を有する分散液を製造した後、分散液が懸濁重合に付されるが、懸濁重合反応は、通常、重合温度50℃以上で行われ、重合開始剤の分解温度を考慮して温度を設定する。設定温度が高すぎると、重合開始剤の急激な分解が生じ、分子量などに影響を与えるため好ましくない。

(作用)

本発明の作用について、従来の技術との関連において説明する。

懸濁重合法において、得られる粒子の大きさを制御するには、重合反応前の液滴の大きさを制御するのが重要であることは言うまでもない。液滴は、反応液の攪拌の乱流エネルギー、或いは攪拌翼による剪断力により分裂される。一方、液滴の合一は、液滴同士の接触により生じる。最終的な液滴の大きさは、この分裂と合一のバランスにより決定される。

そこでまず分裂についてみると、50 μ m以下の粒子径（トナーの場合は10 μ m以下）の範囲の液滴を得るには、分散機の攪拌翼による剪断力が、分裂を支配する要因の主体となっていることが判明した。このとき、分裂されて生じる液滴の大きさは、分裂される前の状態、剪断力の大きさ、剪断の繰り返し回数などによって定まる。従来用いられている分散機では、大きな液滴も小さな液滴も同じ剪断力を受けるので、大きな液滴は剪断力を受け

てある大きさの液滴に分裂するが、小さな液滴が供給された場合でも、その液滴は更に砕かれて更に小さな液滴に分裂してしまい、最終的には乳化状態まで砕かれる。乳化成分は、再び合一して大きな粒子とはなり得ず、損失をきたす。また、一般の分散機（攪拌機）では、攪拌によって生じる循環流に乗った液滴は、剪断領域を通過する際に細分化されるのと平行して、装置全体に存在する乱流場でも乱流エネルギーによって細分化される機会がある。しかし、装置内を流動する液滴の運動は、ランダムに近いので、それぞれの液滴が遭遇する細分化の条件は分布が生じることが避けられない。

したがって、全ての液滴ができるだけ等しい頻度で剪断力にさらされることが、液滴の大きさを制御する上で必要な条件となる。また、粒度分布を制御するには、分散機の剪断力を与える部分に、一定の状態の被分散液を供給することが重要である。

一方、合一については、液滴同士の接触により

起こると考えられるが、一般的に粒子は粒径が小さいほど、単位体積あたりの表面エネルギーが大きくなり、粒子として安定に存在することができる。更に、粒度分布を広げる原因となる要素は、同一系中に大きな液滴が小さな液滴と混在することである。小さな液滴は、大きな液滴と衝突すると、それに吸収されやすいという現象がある。ところで、液滴を充分安定な界面エネルギーを持つほどに小さくするためには、それだけ大きなエネルギーを供給する必要があるので、狭い剪断領域で集中的に液滴を分裂されることが有効であり、しかも全ての液滴に対して均等に剪断力が及ぶように規則的に分裂させる条件をもたらすことが肝要である。

本発明においては、上記の様に、分散相成分と連続相成分とを各々独立した槽に保持し、それぞれ独立した経路を経由し、二重管によって剪断力を付与する回転子の近傍に同時に連続して供給するから、剪断領域を通過する液滴の量、大きさ或いは相比等の分散条件が完全に管理下におかれる

して8%含む水溶液を調製し、第1図に示す装置の連続相槽に入れた。また、分散相成分として、スチレン400g及びアクリル酸ブチル100gの混合液に、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル15gを溶解させた溶液を調製し、第1図に示す装置の分散相槽に入れた。

分散相成分を50ml/分、連続相成分を250ml/分で分散機に供給した。分散機はステータ・ロータ型のもを用い、ロータを9000rpmで回転して運転した。ロータの直径は最小部で50mmであった。また、このとき使用した二重管の構造は、外管の内径が40mm、内管の内径が10mmであり、また、内管の内厚2mmのものであった。上記分散相成分を二重管の内管に、また連続相成分を二重管の外管に導入し、ロータの直前に供給して分散を行った。次いで、形成された分散液を、反応容器に導き、タービン型攪拌翼で300rpmで攪拌しながら85℃で8時間反応させた。

上記のようにして得られた重合体組成物を冷却、濾過した後、水で充分洗浄し、遠心分離により重

ことになる。そして、両相成分が混ざり合うことなく直接剪断力を付与されることになるので、前記した予備的な分散現象が防止され、狭い粒度分布を持つ液滴相が生じる。しかも、各成分を一定の状態で供給して、全ての液滴が等しい頻度で剪断力にさらされることになるから、所望の粒径を持ち、粒度分布の狭い分散液を形成することが可能になる。また、得られた分散液は、界面エネルギーが充分大きくなっているため、通常の攪拌条件下でも合一は殆ど生じないものになっている。したがって、得られた分散液を続いて懸濁重合させれば、所望の粒径及び粒度分布を有する重合体又は重合体組成物が得られる。

(実施例)

以下、実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。

実施例1

連続相成分としてポリアクリル酸(和光純薬工業製、30℃での粘度8.000~12.000センチポイズ)を水に対して8%、硫酸ナトリウムを水に対

合粒子のスラリーを得、これを乾燥することにより重合粒子を得た。

得られた重合粒子の粒度をコールターカウンター(アパーチャー100 μ m)を用いて測定した結果(個数分布)を第3図に示す。上記重合粒子は、第3図に示されるような狭い粒度分布を有し、最頻値が約7.5 μ mであった。

実施例2

実施例1において、分散相成分の供給速度を30ml/分、連続相成分の供給速度を270ml/分、分散機の回転数を9500rpmとした以外は、実施例1と同様にして操作を行った。

得られた重合粒子の粒度をコールターカウンター(アパーチャー100 μ m)を用いて測定した結果(個数分布)を第4図に示す。上記重合粒子は、第4図に示されるような狭い粒度分布を有し、最頻値が約5.5 μ mであった。

実施例3

実施例1において、分散相成分の供給速度を30ml/分、連続相成分の供給速度を320ml/分、分

散機の回転数を9500rpmとし、また、二重管の外管の内径を45mmとした以外は、実施例1と同様にして操作を行った。

得られた重合粒子の粒度をコールターカウンター（アパーチャー100 μ m）を用いて測定した結果（個数分布）を第5図に示す。上記重合粒子は、第5図に示されるような狭い粒度分布を有し、最頻値が約5.0 μ mであった。

実施例4

実施例1において、分散相成分の供給速度を100 ml/分、連続相成分の供給速度を300 ml/分、分散機の回転数を9500rpmとし、また、二重管の外管の内径を50mmとし、内管の内径を15mmとした以外は、実施例1と同様にして操作を行った。

得られた重合粒子の粒度をコールターカウンター（アパーチャー100 μ m）を用いて測定した結果（個数分布）を第6図に示す。上記重合粒子は、第6図に示されるような狭い粒度分布を有し、最頻値が約7.0 μ mであった。

実施例5

第8図に示されるように広い粒度分布を有するものであった。

（発明の効果）

本発明の懸濁重合法は、上記の構成を有し、粒径と粒度分布を容易に制御することができるから、所望の粒径と狭い粒度分布を有する重合体又は重合体組成物を製造することが可能である。したがって、本発明は、微細な粒径及び狭い粒度分布が要求される材料の製造に有用である。

更にまた、本発明によれば、分散は狭い密閉した領域内で行うことができるので、分散液を得る場合に発泡が少ない。また分散相成分と連続相成分は、独立した装置で調製され、別々の経路を通して供給されるので、相比を変更しても、他の製造要因に与える影響は少ない。更にまた、従来のバッチ反応装置と異なり、反応容器の大きさの影響を受けないなどの利点がある。したがってまた、重合体又は重合体組成物の製造における、いわゆるフレキシビリティを拡大し、スケールアップ等の条件変更に対して容易に対処できる。

実施例1において、分散相成分の供給速度を300 ml/分、連続相成分の供給速度を300 ml/分、分散機の回転数を9500rpmとし、また、二重管の外管の内径を50mmとし、内管の内径を10mmとした以外は、実施例1と同様にして操作を行った。

得られた重合粒子の粒度をコールターカウンター（アパーチャー100 μ m）を用いて測定した結果（個数分布）を第7図に示す。上記重合粒子は、第7図に示されるような狭い粒度分布を有し、最頻値が約5.0 μ mであった。

比較例

実施例1において、分散機における二重管の代わりに、内径10mmのT字管を分散機に接続した。分散相と連続相とをT字管の両側よりそれぞれ供給し、T字管の接続部で混合した状態で分散機に供給した。得られた分散液を実施例1におけると同様に処理して重合粒子を得た。

得られた重合粒子の粒度をコールターカウンター（アパーチャー100 μ m）を用いて測定した結果（個数分布）を第8図に示す。上記重合粒子は、

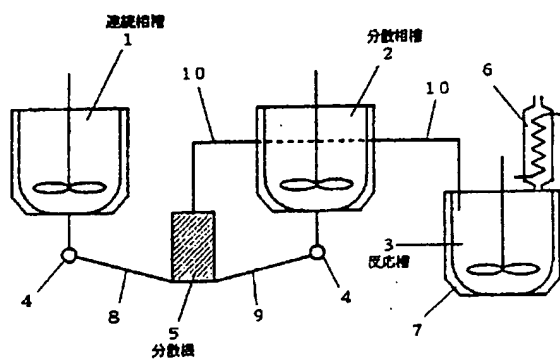
4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の懸濁重合法に使用するための装置の一例の概略構成図、第2図は、本発明において使用する分散機の断面図、第3図ないし第8図は、それぞれ、実施例1乃至5及び比較例の重合粒子の粒度分布を示すグラフである。

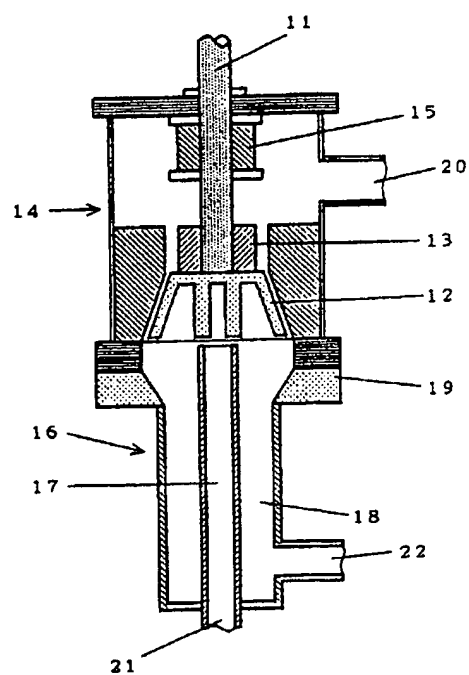
1…連続相槽、2…分散相槽、3…反応槽、4…定量ポンプ、5…分散機、6…凝縮器、7…加熱用ジャケット、8、9及び10…流路、11…ロータ回転軸、12…ロータ、13…軸受け、14…分散機本体、15…操作シール、16…二重管、17…内管、18…外管、19…開口径調整用フランジ、20…分散液吐出口、21…内管流入口、22…外管流入口。

出願人 株式会社巴川製紙所

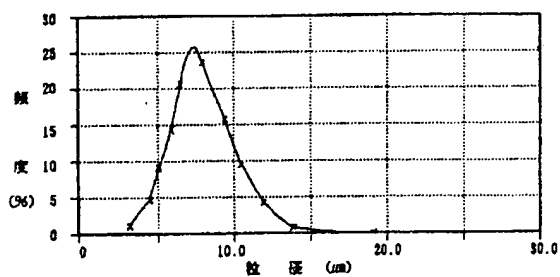
代理人 弁理士 渡部 剛



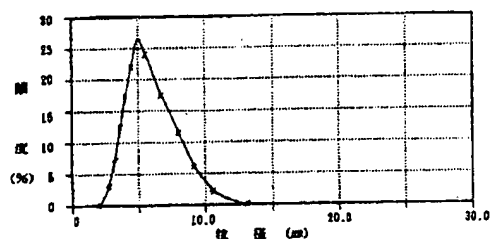
第1図



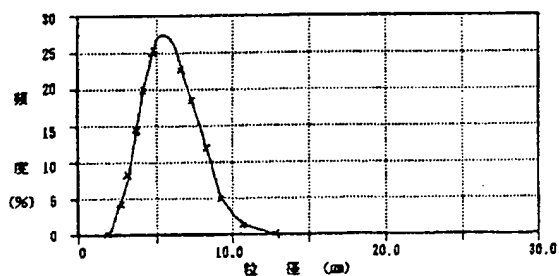
第2図



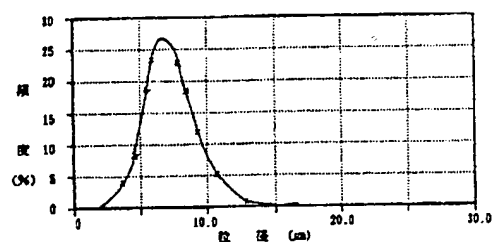
第3図



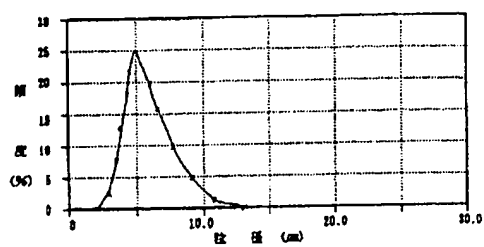
第5図



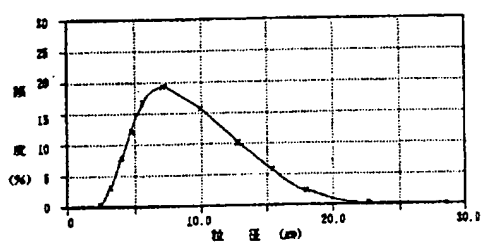
第4図



第6図



第7図



第8図